

2020/7/22更新

X線光電子分光装置(XPS) 簡易マニュアル 測定編

光電子分光分析研究室

連絡先

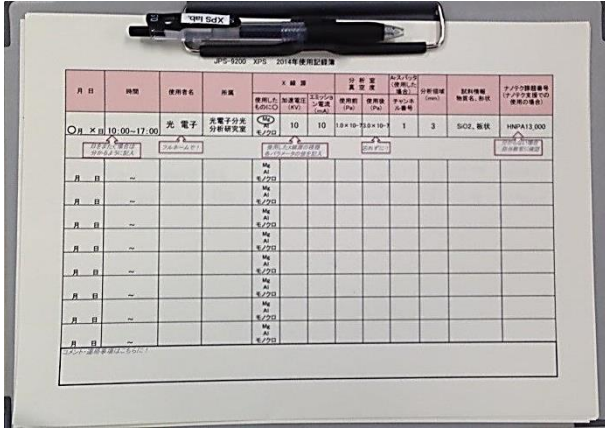
鈴木啓太 内線6882
吉田すずか 内線6882

装置使用前に

以下のルールを守って下さい

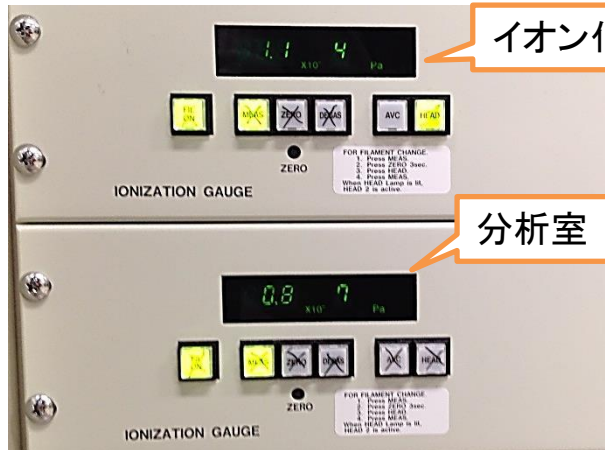
- 研究室内は土足厳禁、飲食厳禁です。ゴミはきちんと片づける
- 装置の故障、不具合を見つけたらすぐに施設職員に連絡。緊急連絡先は研究室入口ドアの横に記載してあります
- 装置を乱暴に扱わない
- 研究室の物を勝手に持ち出したり、無くしたりしない
- 貴重品の管理は各自です。長時間部屋から抜ける場合などは、研究室の施錠も各自で行う
- ステージの移動操作時、各装置のステージ位置稼働制限を守る事。動かし過ぎると試料が検出器などにぶつかり、故障します
- ソフトウェア、ハードウェア上のパラメータなどを変更した場合、装置使用後に必ず設定を元に戻す
- 分析装置PCに直接自分のUSBなど記録メディアを差し込まない。当研究室専用のUSBを利用し、解析用PCを経由してデータを取り出す事
- 分析室内に導入するものは全て素手で触らない。備品を利用して汚した場合は自分で洗浄する事
- 使用者が予約を取って、予約時間通り使用して下さい。変更の場合は前日までにキャンセルしてください。当日の予約キャンセルは無効です
- 装置故障以外の使用中のトラブルは全て貴研究室の責任です。装置利用について自分の指導教官に知らせておく事
- 初めて使う方は事前に施設職員に連絡を取って講習を受ける事
- ガスの出やすい試料、大きすぎる試料、壊れやすい試料など、分析室真空度を劣化させる試料を勝手に入れない。心配な試料は事前にスタッフにご連絡下さい
- トランスファーベッセルを使用する場合、必ず施設職員に連絡し許可を取る事

装置使用の前に



使用記録簿に名前や時間等を記入。**使用前の分析室真空度をチェックして値を記入**

使用後の分析室真空度のチェックと終了時間の記入を忘れないで下さい。予約時間とずれ込む場合は必ず先に予約を変更



Ar+イオンガンのイオン化室真空度と分析室真空度をチェックして下さい。通常は

- ✓ イオン化室 $\sim 10^{-4} Pa$
- ✓ 分析室 $\sim 10^{-7} Pa$

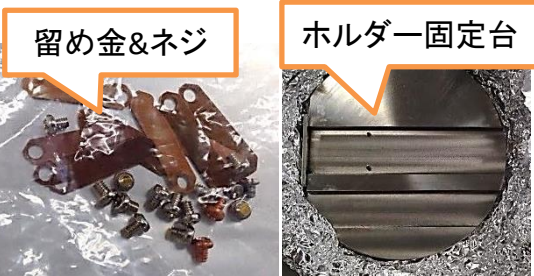
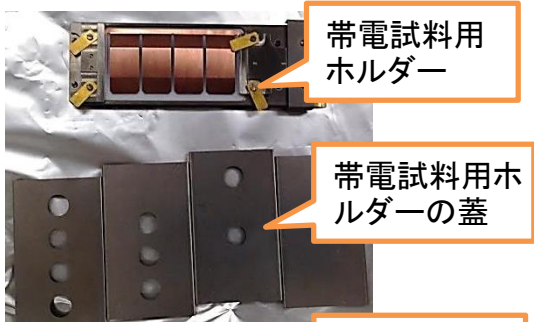
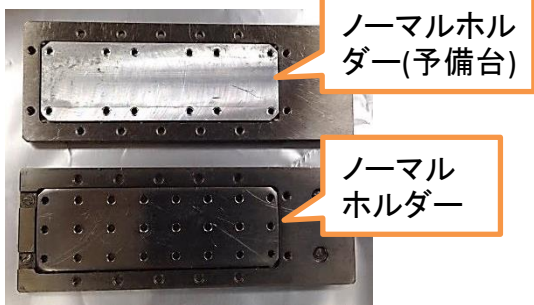
著しく真空度が劣化している場合はスタッフに連絡



イオンガンユニットで Channel/float voltage ボタンを押して点灯させ、ディスプレイに表示された番号が「7」であることを確認

イオンガンの電流電圧条件が各Channelに入力されており、Channel番号を呼び出す事でイオンガンが各条件に設定されます。Channel「7」はイオンガンが使えない設定になっています

試料の準備



少し高さがある試料は底部を外して固定します

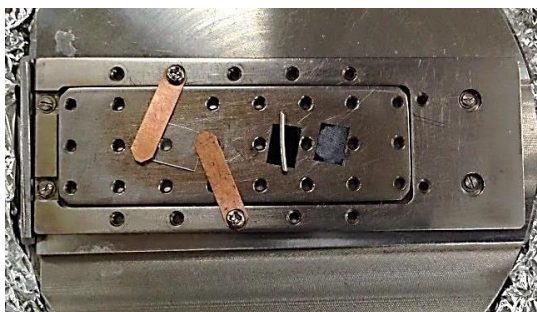
装置の立ち上げの前に試料をホルダーにセットします。ホルダー類は真空デシケーターの中に保管されています。通常の試料であればノーマルホルダーを利用

大型試料(100mmφ以下)も専用ホルダーがあります。利用は職員にご相談下さい。またガスが出やすい試料や高さがある試料など不安な試料についてもご相談下さい

留め金やカーボンテープなどを使い、試料をホルダーに固定。試料が完全に固定されているのを確認して下さい

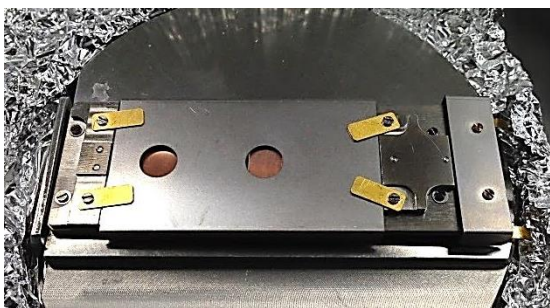
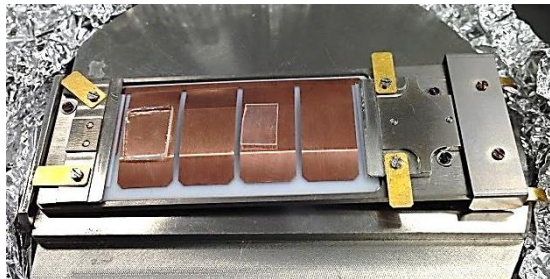
・粉末試料を扱う場合

カーボンテープを使用するか、金属薄膜(Al、In、Siなど)に付着(圧着)させます。ブローアーを30回以上は吹きかけて固定出来ていない粉末を完全に飛ばして下さい。またホルダーや固定した薄膜に振動を与えて粉末をふるい落として下さい。少しでも粉末が飛び散って装置に残ると故障します。故障の原因になった場合、修理代を請求します。ペレット加工済みの粉末も割れたり欠けるものは入れない事



留め金固定は必ず両脇に。固定後はホルダーを逆さにしてみてしっかり固定しているか確認して下さい。X線源と留め金&試料の位置関係に注意して下さい

試料の準備



・帯電試料用ホルダーについて

中和電子銃を使った帯電緩和を、試料にバイアス電圧をかける事でより効果的にします

試料下部に+100V印加し、GNDの蓋部と電位差をつける事で中和電子を効率的に試料表面に当てる事が出来ます。帯電緩和の他、Ar+イオンガンでのエッチング時に、エッチングによる表面電位のズレを抑制する効果があります

写真のように試料を搭載し蓋をして固定。試料の厚みは**1.3mm**が限度です。蓋部とホルダーの金属部が接着しないようにセットします。試料表面が蓋部より出ないようにします

固定後にホルダーの蓋部と端子部の間で導通が取れていない事を確認

導通があると蓋部に電圧をかけられないので効果がありません



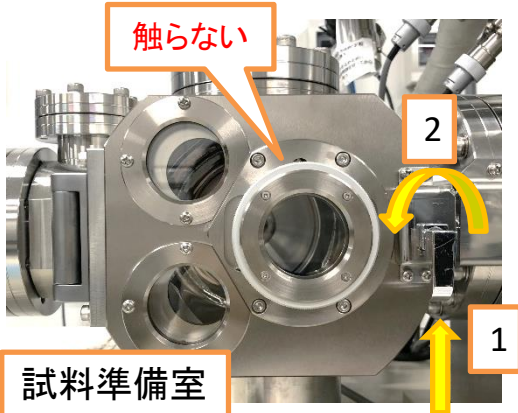
・試料の表面汚染について

空気中での表面汚染を出来るだけ防ぎたい場合、ドライプロセスで作成した試料については作成後すぐにアルミホイルで包んだり、真空装置に保管して大気に晒さないで下さい。ウェットプロセスで作成した試料についてはアセトン洗浄した後に超純水洗浄、すぐにエアダスターなどで十分ブローし、アルミホイルなどで包んでください

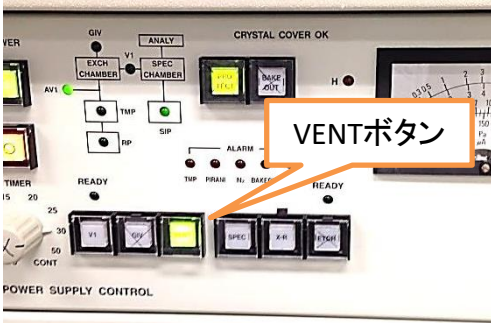
・試料のリファレンスピークについて

試料のチャージシフトの補正を行うのに、リファレンスとなるピークを試料に用意しておく、解析の際良いと思います(リファレンスとなるピークがないなら)。炭素を含む試料はコンタミ成分のC1sピークと試料由来の炭素のピークが重なってリファレンスに利用出来ない場合があるのでなおさら。Au薄膜やAuメッシュを一緒に乗せて測定したり、試料にAuをコートしておいて一緒に測定するとか、粉末体ならば他の化学状態が分かっている粉末を混ぜ込んだりして一緒に測定すると良いです⁵

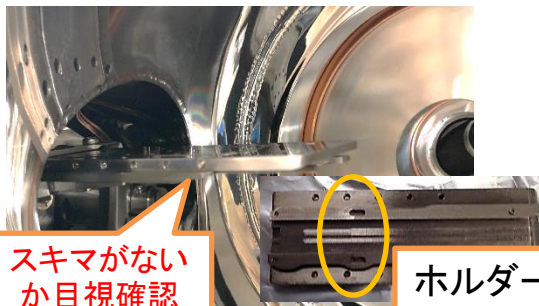
試料準備室への導入



ホルダーを試料準備室に導入して真空を引きます。準備室のロックを外し、**VENT**ボタンを押して準備室を大気に戻します。マグネットリングを少し前にずらして準備室内のレールを見やすい位置に置きます。レールに**水平にぴったりと**ホルダーを載せ、奥側にも接着

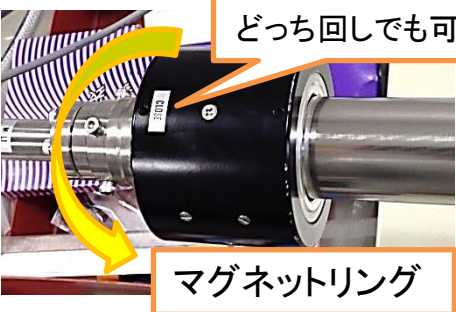


試料導入棒のマグネットリングを回して「**OPEN**」から「**CLOSE**」に変わります。リングを回すとレールの下のフックが上下動します。**下から覗き込んでホルダーの穴にフックが入っているのを確認**



ホルダーがセット出来たらマグネットリングを後退させ、扉を閉めてロックをかけ、**VENT**ボタンをもう一度押して真空に引き直す

ここで失敗していると分析室に導入出来ません。必ずホルダーがちゃんとセット出来てるか確認して下さい



真空引きには小さな金属板試料なら30分ほど、カーボンテープで固定した粉末では2時間以上かかります。真空を引く間に装置の立ち上げを行います



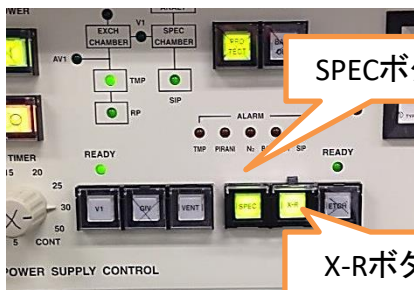
まだまだ引きます

装置の立ち上げ

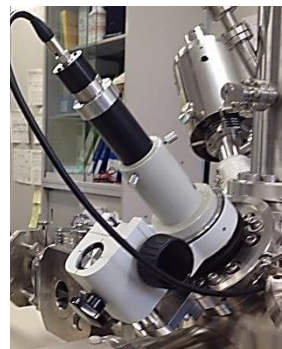


始めに**冷却器**の電源を入れます。温度表示を確認。次に**SPEC**ボタンと**X-R**ボタンを押して、点灯させます

冷却器の電源が必ず先です。消す時は必ず後です
X-Rボタンを押すともう一つの奥の冷却器が起動します(音が聞こえます)。奥の冷却器が稼働していない場合、もう一度X-Rを押し直して駆動音を確認して下さい



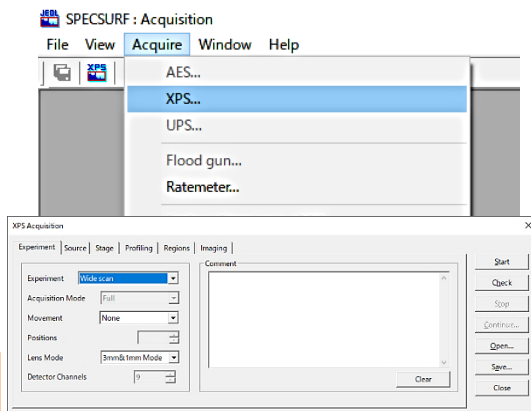
ステージランプ、カメラ電源、カメラモニター、測定用PC、PCモニターの電源を入れます。PC立ち上げ後、デスクトップの「**SPECSURF Acquisition**」をクリックしてXPSソフトウェアを立ち上げます



カメラ本体は↑です
触れないで下さい

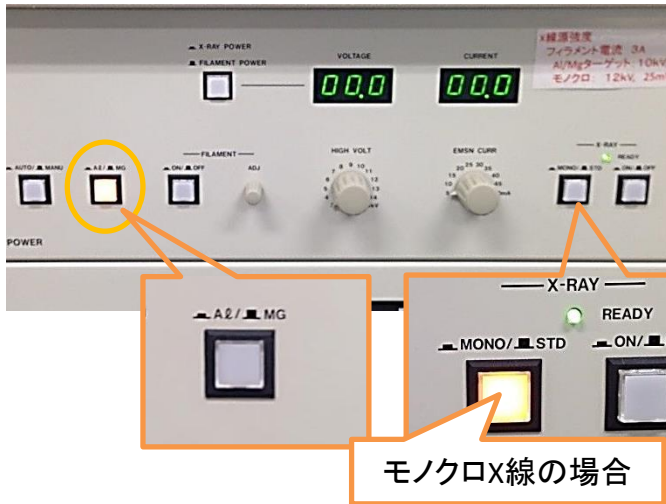


解析用ソフト



Acquireメニューから**XPS**を選択して←のウィンドウが出れば問題ありません(出なければ再起動)

装置の立ち上げ



X線の立ち上げを行います。始めにX線源の種類を決めます

- Mg-K α 線
- Al-K α 線
- モノクロX線(Al)

Mgの場合はAl/Mgボタンを点灯、Alの場合は消灯させます。モノクロX線の場合はAlを選び、MONO/STDボタンを押して点灯させます



線源選択後、FILAMENTの電源をON、ADJつまみをゆっくり回してCURRENT表示で3.5Aまで電流を上げます。上げてから5分待ちます

分析室真空度を確認して真空度が急激に劣化しないように回して下さい。急ぐとガスが大量に出て放電します



次にディスプレイの表示をX-RAY POWERに切り替え、X-RAY電源をONにします。3kV,5mAが印加されます。電圧つまみを3分毎に1kV上げて10kVに、さらに3分後電流つまみを5mA上げて10mAにします

モノクロX線の立ち上げの場合はX-RAYの電源をON後に30分放置、その後12kV,25mAまで3分ごと1刻みずつ上げていきます

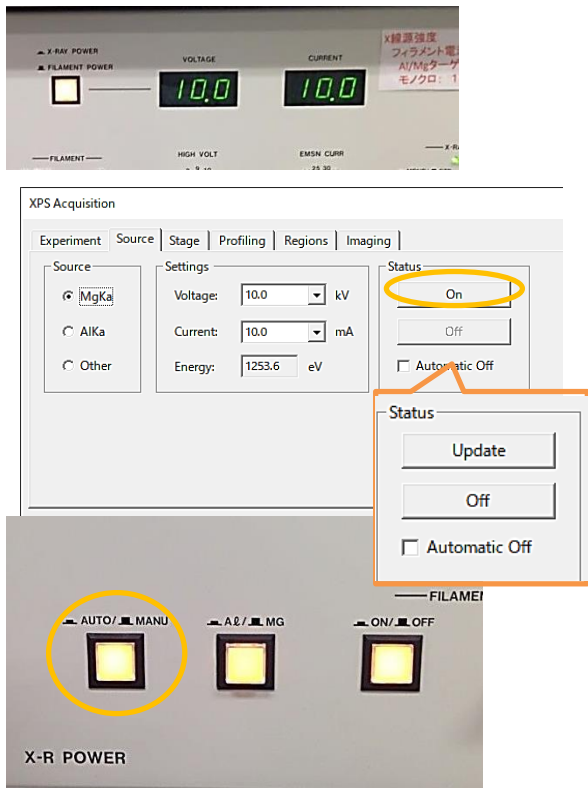


最後にAnalyzerの電源をONにします
よく忘れるので注意

装置の立ち上げ

X線源の立ち上げ後、SPECSURFのXPS AcquisitionからSourceタブを選択。X線源の種類、電圧電流値を入力後、Statusで「On」をクリック(「Off」がついていたら先に「Off」をクリック)

Automatic Offにチェックをつけて設定すると測定終了時やDepth profileのエッチング中などにX線を自動でOffに出来ます



StatusがUpdateに変わったら、X線源ユニットのAUTO/MANUボタンを押してAUTOに切り替える

以降、X線源の設定を変更したい場合はAUTOからMANUに戻して下さい

測定範囲の設定は左画の2つの絞りで切り替えます。ロックネジを緩めて、測定範囲を狭める場合はCLOSE方向、広げる場合はOPEN方向に絞りを回して左表の数値に合わせます。36はOPEN方向に一周分回して0に合わせます

回し過ぎに注意して下さい。間違った方向に回さないで下さい

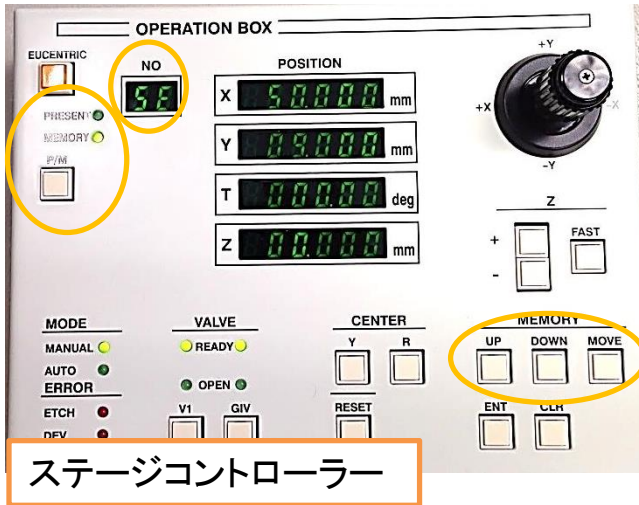
Depth profileなど、エッチング前後の様子を見比べる場合は1mmφにした方が良いです(3×3mmの範囲が削れますが、ともに削れている範囲は1mmφ程です)

マイクロ測定(0.2mm、0.03mm)を行う場合はカメラの十字が正しい分析位置を指定出来ているか検証出来るものを用意し、検証した方が良いでしょう



測定範囲	角度絞り	視野絞り
3.0mmφ	36	36
1.0mmφ	34	12
0.2mmφ	12	8
0.03mmφ	4	0

分析室への導入



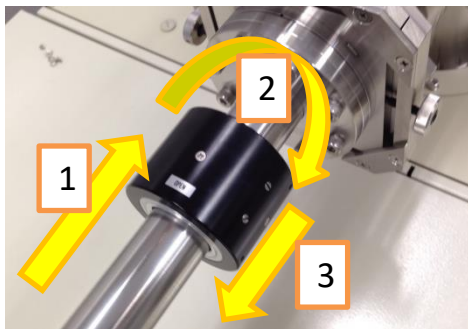
ステージの位置を試料交換位置に移動させます。ステージコントローラーのP/Mボタンを押して表示をMEMORYに切り替え、メモリーNo.をUP,DOWNボタンで操作し、No.SEを呼び出します。MOVEボタンを押すと表示された位置にステージが移動します

基本すでに試料交換位置にいるので動きませんが必ず確認して下さい



準備室の真空を十分に引いた状態でV1ボタンを押してバルブ解放。導入棒の黒いリングを手前に押して試料を分析室に導入します。のぞき窓からホルダーとステージを確認しながら入れて下さい。奥まで入れたらリングを回して「OPEN」にし、黒いリングを後ろまで一番引き抜き、もう一度V1を押してバルブを閉めます

少しでも違和感があったら無理に入れず、スタッフを呼んで下さい



ホルダーの溝にステージがはまります



一番奥で止まります



リングを回してすっと引き抜いて下さい

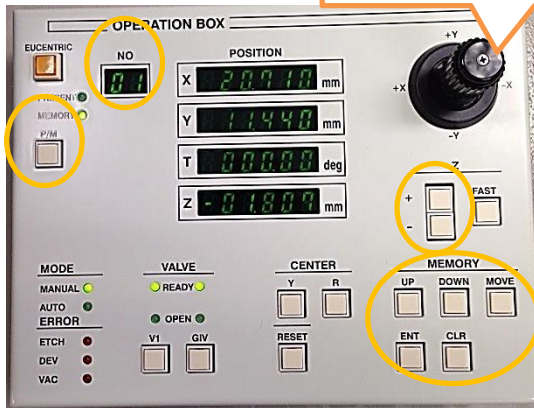
分析室への導入



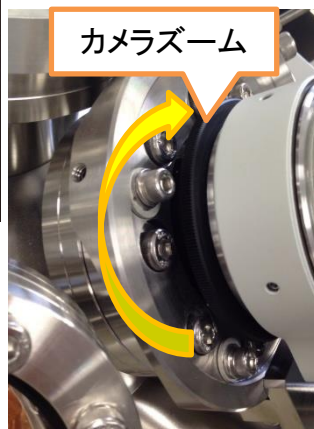
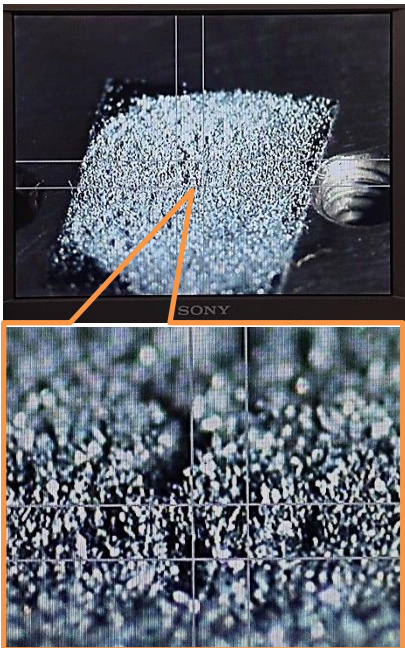
V1バルブが閉まったら分析室真空度を
確認します。真空度が $5.0 \times 10^{-6} \text{ Pa}$
より劣化してる場合、試料を直ちに試料
準備室に回収し、準備室で真空引きを
続けて下さい。再度導入し、 $5.0 \times$
 10^{-6} Pa より良ければ、分析室で真空度
が落ち着くまでしばらく待ちます

$10.0 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ 以下まで真空度を下げましょう

ジョイスティック



測定位置へジョイスティックを使い、
ホルダーを移動させます。測定中心点
はカメラモニターに表示される十字で
す。試料が複数ある場合、位置をメモ
リーする機能を使うと連続測定が出来
て便利です。P/MボタンでMEMORYに
切り替え、UP,DOWNボタンでメモリー
したいNo.を呼び出し、ENTボタンを押
すと現在位置がメモリーされます

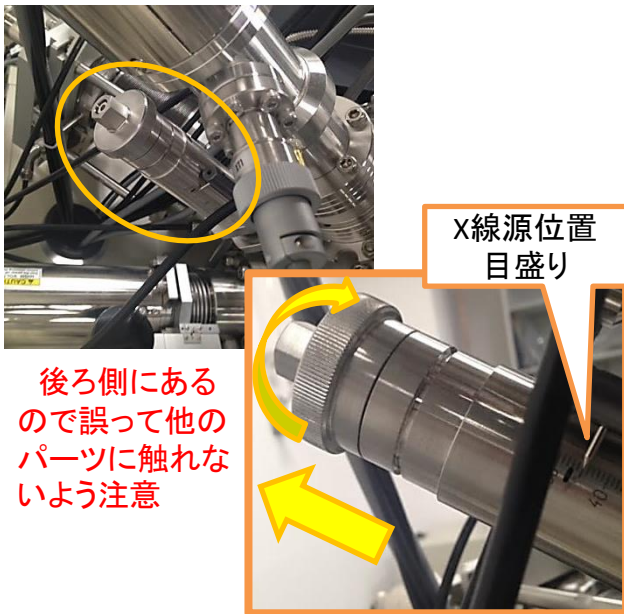
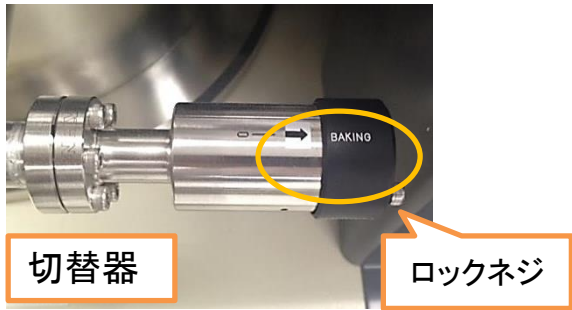


カメラ本体に触れない

測定位置を合わせる時は必
ずZ軸も合わせてください。カメ
ラをズームさせて十字のセン
ターでカメラフォーカスが合う
ようなZ値を探します(モノクロ
X線ではやりません)

ずれてると分析位置が合いません。
強度も出ません。エッチングの位置も
ずれます

モノクロX線の設定(利用時)



モノクロX線を利用する場合、「装置の立ち上げ」でモノクロX線を立ち上げ終わった後、他に行う事が3つあります

- 分光結晶の窓を開ける
本体中央にある左面の切替器で、**bakingからmonochrome**を矢印に合わせる

ロックネジを緩めてから回して下さい

- X線源の位置を引かせる
本体後ろにある左面のツマミを装置正面から見て時計回りに回して、**X線源の位置を5mm後退させる**

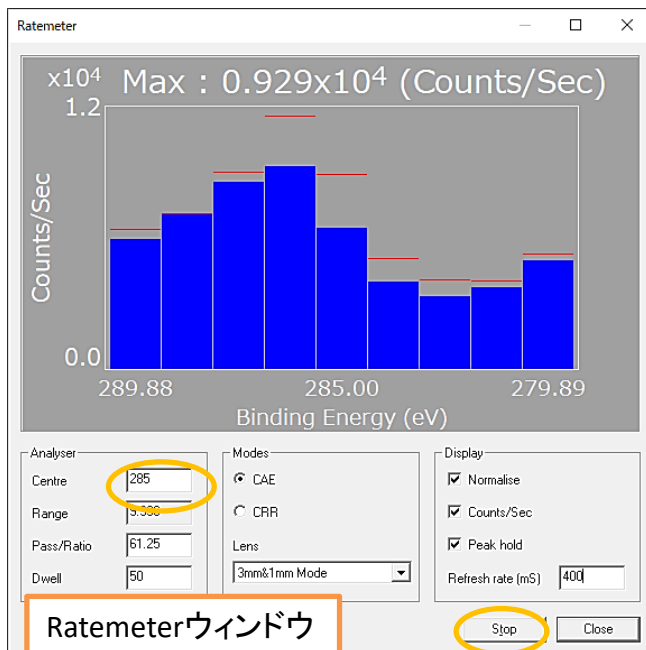
測定後、必ず元の位置に戻して下さい

- RatemeterでZ軸の調整
ステージTiltを -10° まで傾かせ、目的試料を分析位置に移動。

Acquire→RatemeterでRatemeterウィンドウを立ち上げ、Centreに測定元素のメインピーク値を入力し、Start。ピークの強度がMaxになるステージZ軸の値を見つけ、その位置で測定作業orステージのメモリーに記憶させる

RatemeterのPass、Dwell、Refresh timeなどの値はZ移動によるピーク強度の増減が見やすいよう適宜変更して下さい

XPS acquisitionウィンドウを閉じないとRatemeterウィンドウは出てきません
強度が取れない場合、Tiltを -20° まで傾けると取りやすいです。「Angle Resolved」の高傾斜測定を参照してTilt制限を解除

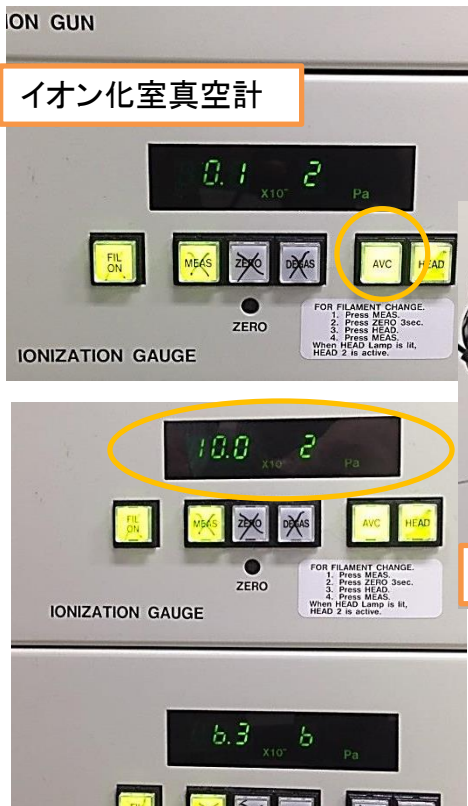


Ar+エッチングの設定(利用時)

試料表面のコンタミネーションを削りたい場合、または深さ方向のプロファイルを取る場合にAr+イオンガンの設定をします

モニターの十字を中心に3×3mmの範囲でエッチング出来ます

Ar+イオンガンエッチングは表面の化学状態に影響を与える場合があります、エッチングを行いながら化学状態分析をする場合、エッチングによる影響について検証した方が良いでしょう



イオン化室真空計

試料導入後、分析室真空度が 10.0×10^{-7} Pa以下になるまで待ちます

真空度が悪い状態で以下の工程を行わないで下さい。放電して装置が落ちます

奥のバルブを回す



Arガスバルブ

イオン化室の真空計でAVCボタンを押します。左画のArガスバルブをゆっくり開きます。6時を指すマーカから反時計回りにおよそ一回転させます。イオン化室ガス圧が上がります

Arガスバルブを微調整し、 9.5×10^{-2} Paぐらいで落ち着くようにします

12.5×10^{-2} Paを超えるとエラーになります。開け過ぎないように

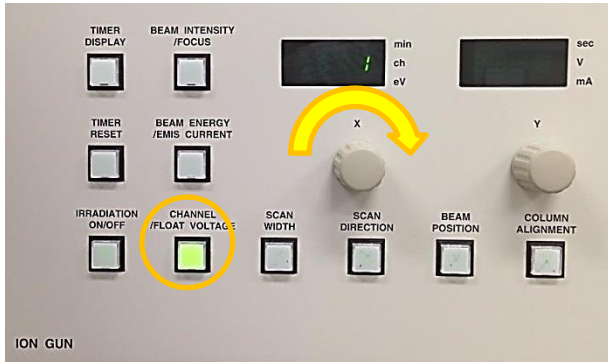
分析室の真空度も下がります。 2.0×10^{-5} Paより劣化した場合はエッチングを中止してバルブを閉めてください



オートバルブコントローラー

オートバルブコントローラーの電源をONにします。バルブが閉められ始め、イオン化室真空計の値が一旦下がります

Ar+エッチングの設定(利用時)

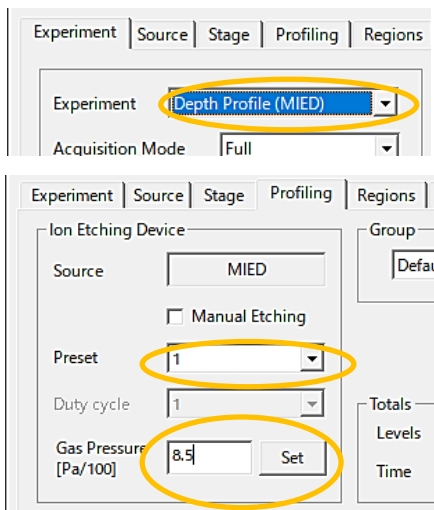


Channelボタンを押してXつまみを回し、エッチングの条件を選びます。条件は下表の通りです。

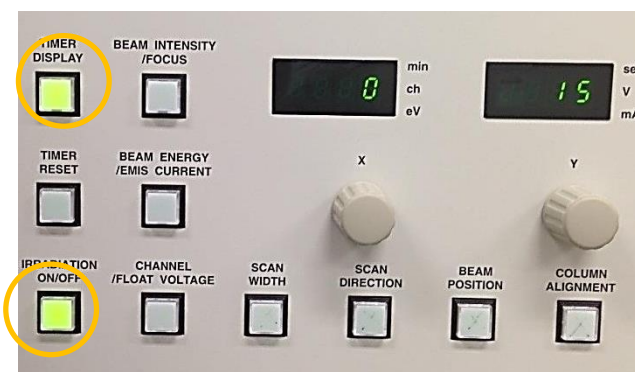
Etching rateはSiO₂で測定したものです。
Ch5はモノクロX線測定の際にCh1と同じエリアでエッチング出来る仕様です

channel	Ch1	Ch2	Ch3	Ch4	Ch5
Beam energy(eV)	3000	2000	1000	500	3000
Emis current(mA)	20	20	20	20	20
Etching rate(nm/min)	13.60	9.20	4.50	0.65	9.83
Etching rate(nm/min)	13.6	9.60	3.35	0.77	10.9

2020/7/22更新
最新のレート
以前のレート



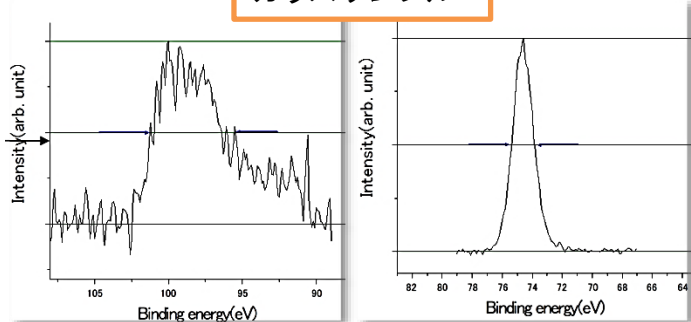
XPS AcquisitionのExperimentタブからExperimentを「Depth Profile」に切り替え後、Profilingタブを選択します。Presetに使用するchannel番号、Pressureに「8.5」と入力し、Setをクリック。次第にガスバルブが緩み、ガス圧が 8.5×10^{-2} Pa付近で落ち着けばAr+エッチングの準備は終了 (Depth profileの場合はここまでやる)



Irradiation ON/OFFボタンでエッチングを開始出来ます。Timer DisplayをONにするとエッチング経過時間がディスプレイに表示されます (Timer Resetを押すと時間がリセットされます)

中和電子銃の設定(利用時)

ガラスサンプル



中和銃未使用

中和銃使用

導電性のない試料の場合、光電子の放出によって試料表面に不均一な帯電が発生してしまうことがあります。結果としてエネルギー値や半値幅に影響を与えます

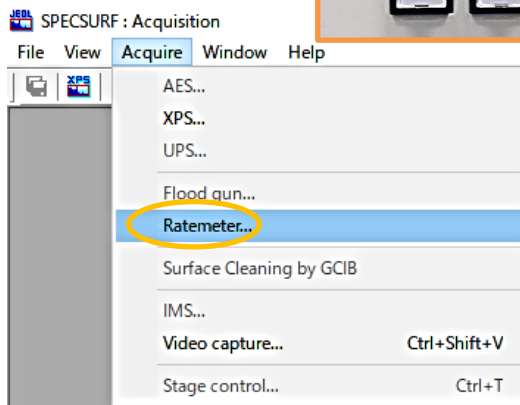
中和電子銃により、試料表面に電子を供給する事で帯電現象を緩和出来ます



・中和電子銃利用方法

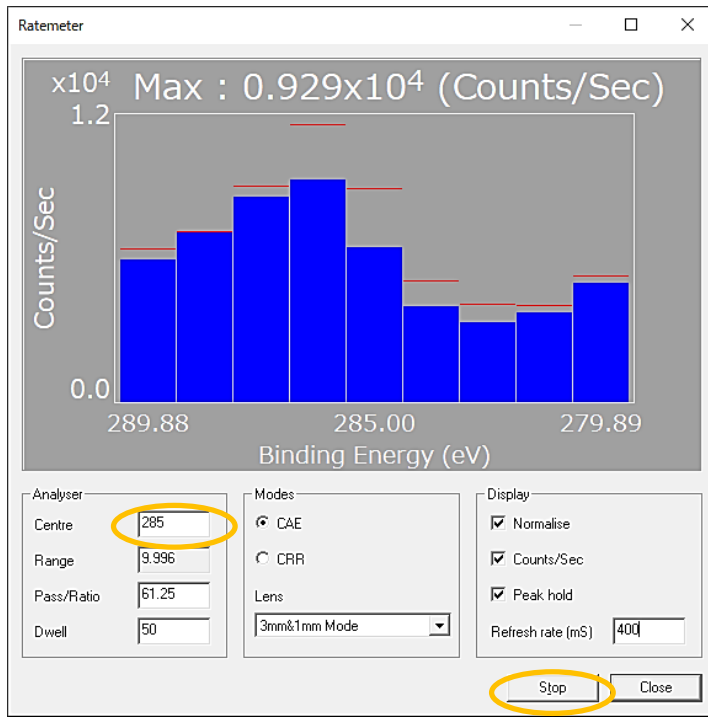
1. 中和電子銃ユニットの電源をON
2. SELボタンを押してADJUSTの項目をFIL.に切り替え、ADJつまみを回し、適当な電流値まで上げる
3. メニューのAcquireからRatometerを起動させる

次ページに続きます



XPS Acquisitionを開いている場合は先に閉じる

中和電子銃の設定(利用時)



ピークCount数だけでなく、ピーク位置、ピーク半値幅も正常な値になるような電圧値を見つける。試料ごとに適当な電圧値を見つける

- Centreに強度の高いピークのエネルギー値を入力。Pass、Dwell、Refresh timeはピーク形状が見やすくなるように適当な値に適宜変更
- Startボタンを押し、各検出器のCount数を確認
- Acc.VをON。SELボタンでADJUSTをAcc.Vに変更後、ADJつまみを回して電圧値を変化させながら、RatemeterでピークCount数が一番大きくなる電圧値を探す
- 電圧値が見つかったらその値で固定、Ratemeterを閉じて通常通りの測定を行う



直流電源装置

・帯電試料用ホルダーを使っている場合

上記の電子銃設定を行う前に左図の電源を起動させてホルダーに電圧を印加させます

- POWER ON
- OUTPUT ON
- CURRENTを微量流す
- VOLTAGEを100.0Vに設定

トランスファーベッセル(利用時)



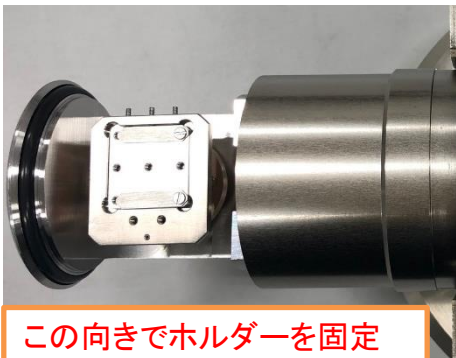
試料ホルダー

ここから左部分は素手で触らないこと!



トランスファーベッセル

開閉ノブ

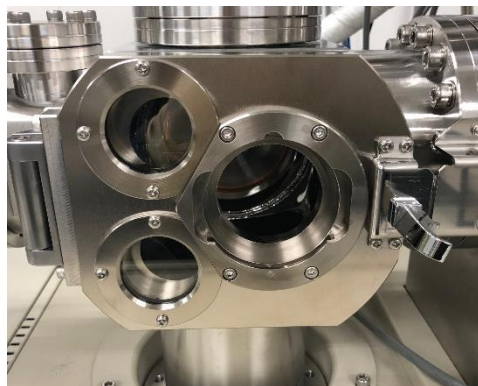


この向きでホルダーを固定

トランスファーベッセルを使用する場合は必ず職員に連絡すること
全ての作業を慎重に行うこと
トランスファーベッセルに衝撃を与えないこと
O-リングにゴミの付着などが無いことを確認すること
ホルダーの導入に十分注意すること

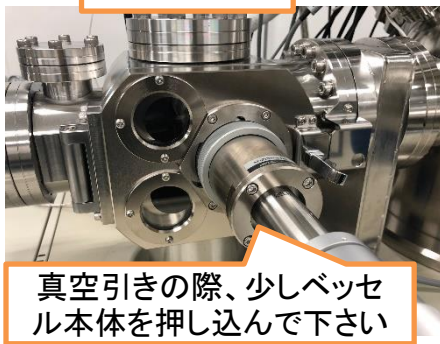
グローブボックス内などでホルダーに試料固定後、トランスファーベッセルにホルダー封入。ホルダー設置の方向に注意(左図参照)。しっかりと開閉ノブを回して締めて下さい

試料準備室のロックを外してVENT後、扉のブランクフランジを外す



ブランクフランジ
素手で真空部分を触らないこと!

トランスファーベッセル(利用時)



ピンの位置を合わせてトランスファーベッセルを装着、固定リングを回して扉に固定。扉のロックをかけてVENTボタンを押して真空引き

試料準備室の真空計で針が緑の範囲に突入したら、**ゆっくりと慎重に**開閉ノブを回してベッセルを開けて下さい。**急に開けるとベッセル内の空気が一気に試料準備室のターボポンプに入り込みポンプが故障します。真空度も確認しつつ慎重に開けて下さい**



じんわり開けましょう



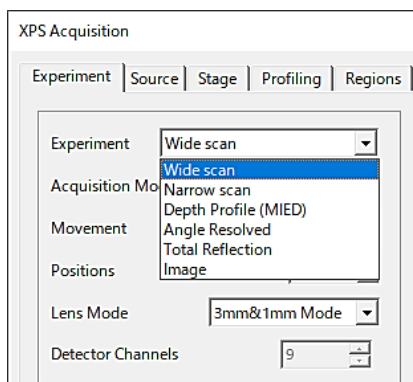
開けるの中断



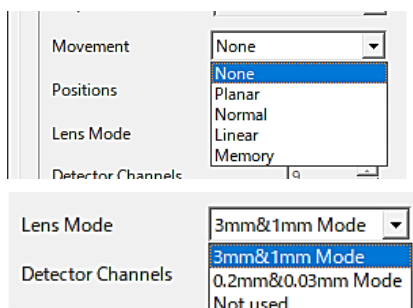
ベッセル内も真空が引いたら開閉ノブを全開にします。黒いリングを操作してホルダーを受け取り、ベッセルを閉めます。試料準備室の真空が十分に引いたらV1を開けて分析室にホルダーを導入。V1を閉める。



Wide scan

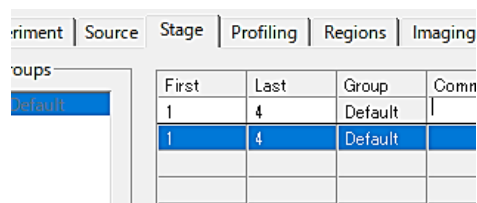


測定法は全部で6種類あります。どの測定を行う場合でもまずは**Wide scan**で測定しておくとい良いでしょう
Experimentで**Wide scan**を選択

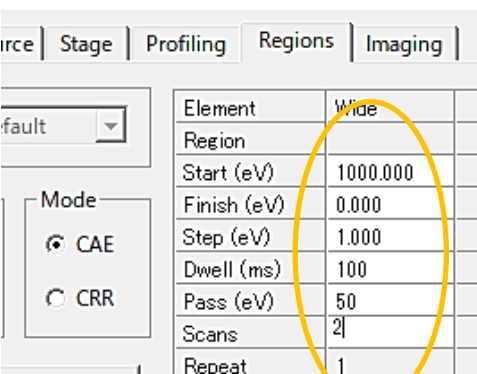


現在のステージ位置で測定する場合は**Movement**で**None**を選択、ステージコントローラーのメモリー機能を使う場合は**Memory**を選択

Lens Modeに設定した測定範囲を選択

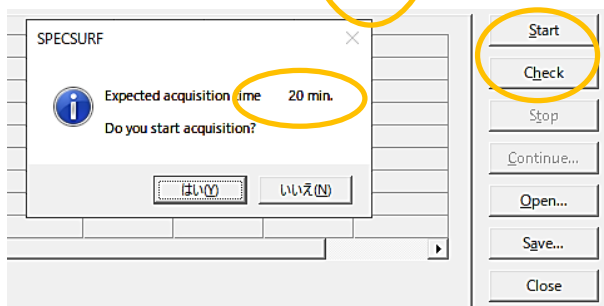


Stageタブで連続測定するメモリー番号の始めの番号(First)と終わりの番号(Last)を入力(Memory選択時)



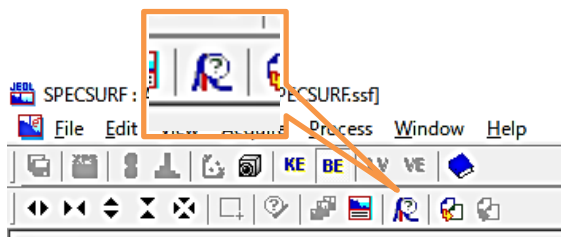
Regionsタブで**Wide scan**の各条件を設定

Pass(eV)はエネルギー分解能と強度に関わります。値を小さくすれば分解能が上がり、強度が下がります。大体5eV程が限界です。Step(eV)間隔はPass(eV)の1/100程に設定すると良いです。Scansは測定してみて調整します。定性ならばバックグラウンドノイズの3倍、定量ならば10倍、ピーク強度が取れるように設定します。Scan回数のルートでバックグラウンドノイズは減少します(主にNarrow scan時に設定)

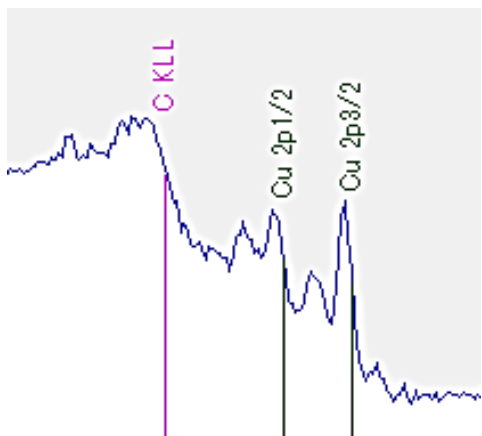


Startボタンで測定開始します。**Check**ボタンを押すと測定予測時間が表示されます

Markerの付け方

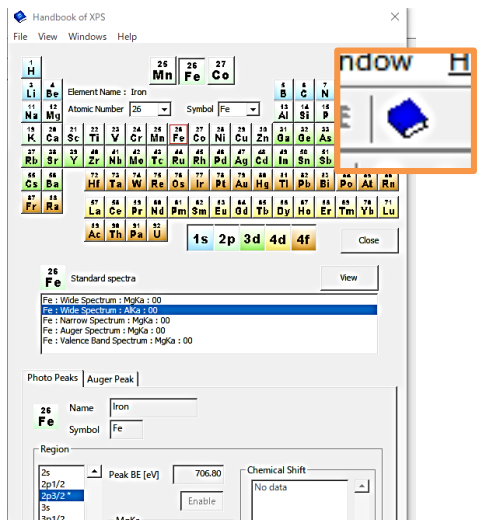
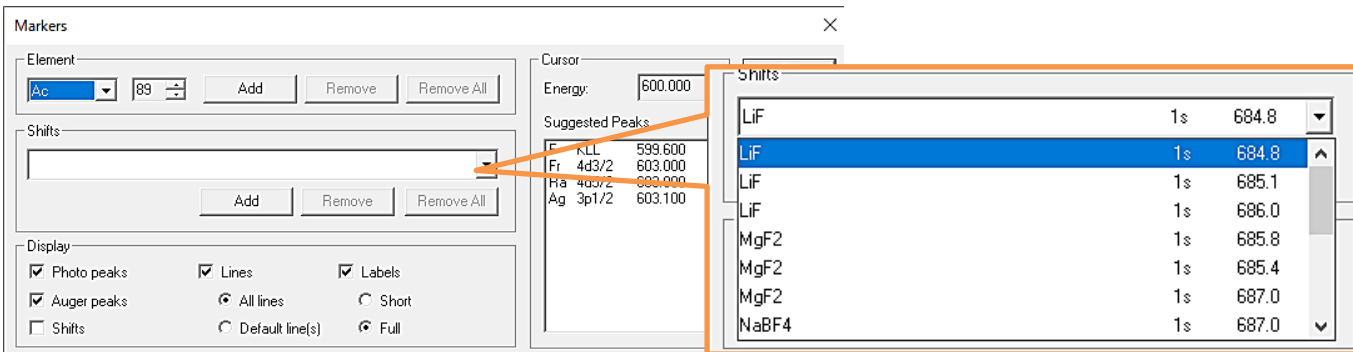


Wide scanを取ったらマーカーをつけてピークの同定をします。左画のアイコンをクリック



スペクトル上にラインが現れます。ピークにドラッグして当てるとSuggested Peaksに想定される元素一覧が表示されます。Elementから元素を選択してAddを押すと元素名がスタンプされます。元素によってはChemical Shiftの一覧も載っており、これもスタンプ出来ます。最後にOKをクリックするとスタンプが残ります

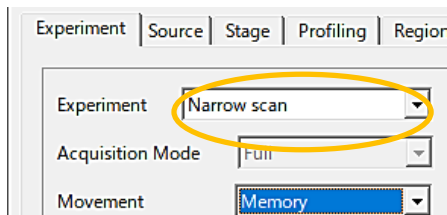
Displayのチェックボックスで表示を各種変更出来ます



XPSハンドブックアイコンで標準試料のスペクトルを見る事が出来るので参考に

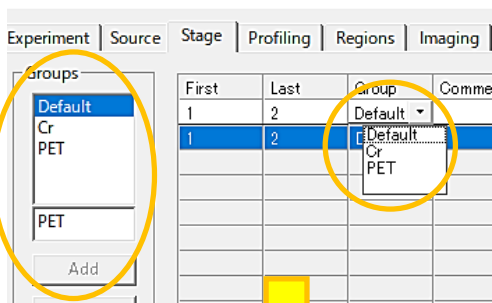
スペクトルには光電子ピークではないものが映り込みます。間違っ同定してしまわないように気をつけて下さい。サテライトピーク、オージェピーク、スピン軌道相互作用による分裂など。他には、Mg-Kα使用時には、大きなピークの730eV高い位置にO-Kα由来、320eV高い位置にCu-Lα由来、230eV低い位置にAl-Kα由来の小さなピークが見える事があります(ゴーストピーク)が、偽物のピークなので無視してください。また、近くに置いた別試料のピークが映る事もあります

Narrow scan



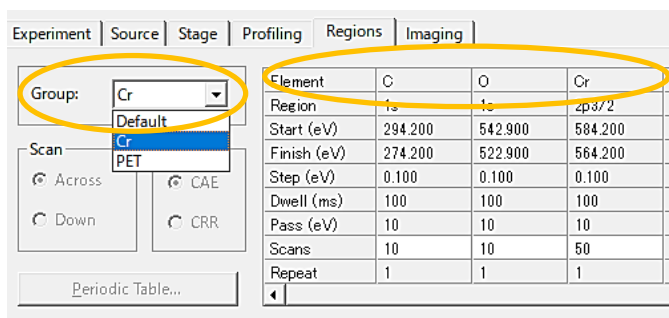
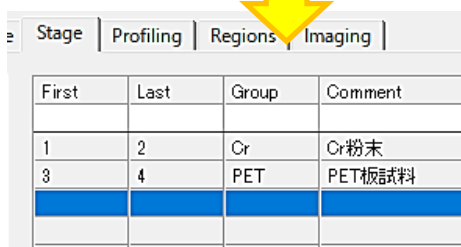
Wide scan後、定量や化学状態分析の為、分解能の高いモードで各元素のメインピーク付近のスペクトルを取得します。**Experiment**で**Narrow scan**を選択します

Movement, Lens Modeは「Wide scan」を参照
Sourceタブは変更がなければそのまま



Stageタブでメモリー番号をセットします(Memory使用時、「Wide scan」参照)。試料によって測定内容が違う場合はここで試料のグループ化を行えます。**Groups**にグループ名を入力後**Add**をクリック。**First, Last**に1組の番号を入力し、**Group**から名前を選択します

Comment欄に情報を入れとくと便利です。
左画はメモリーNo.1がCrグループ、No.3がPETグループと登録され、1と3だけスキャンを行います

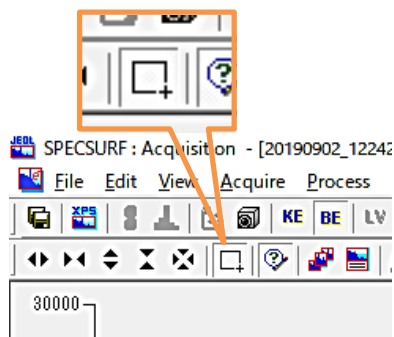
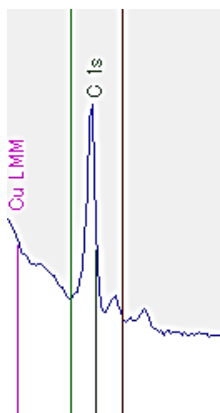


Regionsタブで**Group**を選択し(Group登録時)、測定する元素を**Element**から選択します

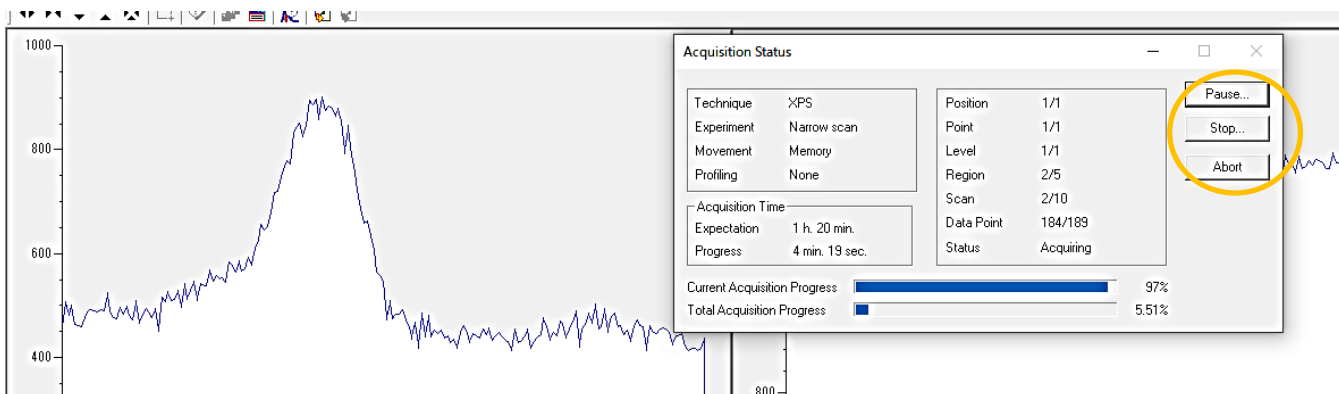
Wide scanスペクトルを開き、左画のアイコンをクリックすると、スペクトル上にStartライン(緑)とFinishライン(赤)が表示されます。ピークに合わせてライン位置を調整すると、測定範囲の条件に反映されます

全てのWide scanで確認しましょう

残りの項目も適当に設定します(特にScan回数、「Wide scan参照」)



Narrow scan



Element	C	O	Cu
Region	1s	1s	2p3/2
Start (eV)	294.200	542.900	971.000
Finish (eV)	274.200	524.000	930.000
Step (eV)	0.100	0.100	0.100
Dwell (ms)	100	100	100
Pass (eV)	10	10	10
Scans	10	10	30
Repeat			

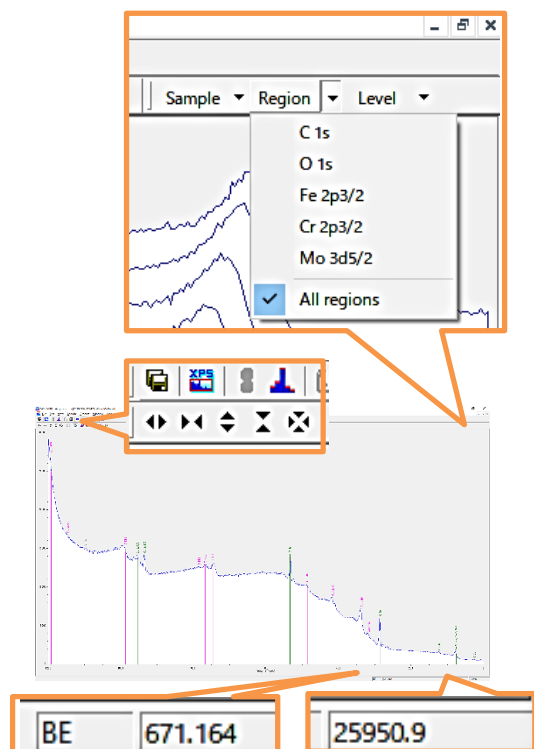
測定中、経過をAcquisition Statusで確認出来ます。Pauseを押すとscan1巡後に測定が中断され、左画のようにScans回数だけ変更出来るようになります。変更後Continueをクリックすると測定が再開されます

Stopを押すとscan1巡後で測定終了になります
Abortは強制終了

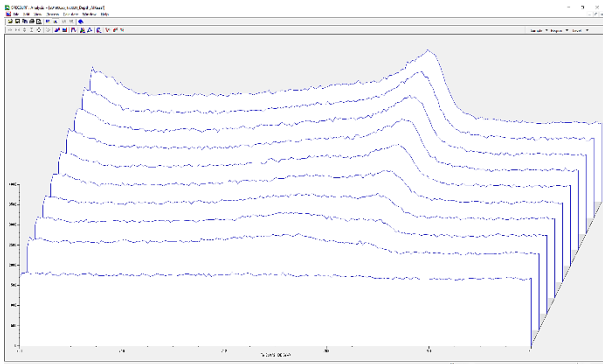
・スペクトルウィンドウについて

カーソルをスペクトル上にやるとウィンドウ右下にエネルギー位置と強度が表示されます。左上には表示スケールの調整ボタンがあります。一度の測定で得たスペクトルは一つのウィンドウに格納されています。各sample、各Region、各Levelはウィンドウ右上のメニューから表示を変更出来ます

データのSave, Openなどもウィンドウ単位。Memory番号、出力したデータの表記番号が1番からに対し、表示上のsample番号は0番から付けられます。間違わないで



Depth Profile

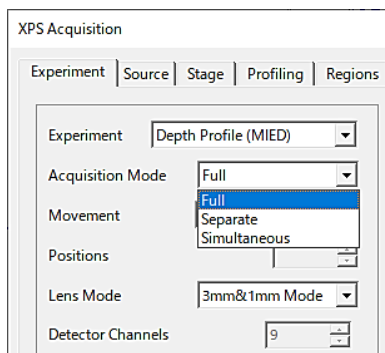


Depth ProfileではAr+エッチングと測定を交互に繰り返す事によって、試料の深さ方向のプロファイルを取得出来ます

ExperimentでDepth Profileを選択し、イオンガンのガス圧調整を行う(「Ar+エッチングの調整」を参照)

Acquisition ModeでFullを選択

Separate(PB別法)とSimultaneous(PB同時法)を選択するとPeakとBackgroundのエネルギー位置を指定してその差分強度だけを取得します。スペクトルを取得しない分高速で測定が出来ます。元素のピーク強度プロファイルだけ取れば良い場合に使えます(「Image & Linescan」参照)

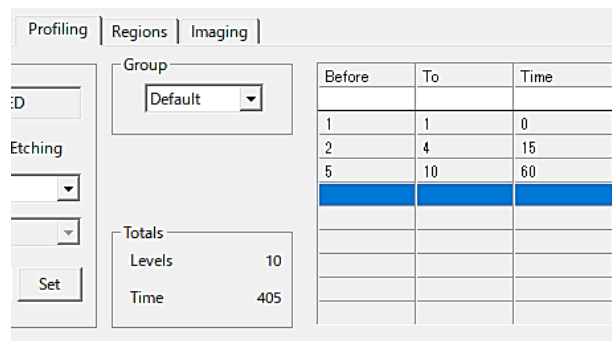


Profilingタブでエッチング時間の設定を行います

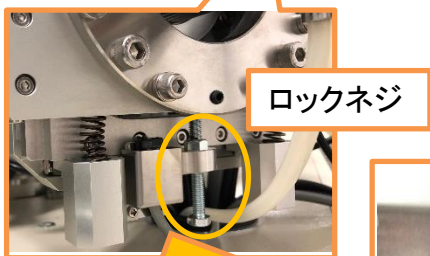
左画では1回目(levelという単位)の測定前に0秒、2回目~4回目の測定前に各15秒、5回目~10回目の測定前に各60秒ずつエッチングを行うようになっています

あとの設定は「Narrow scan」と同様です。補足として、

- ・ガス圧の設定を行ってからガス圧が上がるのを待って測定を始める
- ・SourceタブではStatusでAutomatic OFFを推奨
- ・アトミックミキシング、選択スパッタリング等を考慮した解析が必要な場合があります



Angle Resolved



Angle ResolvedではステージのTiltをアナライザー軸に対して徐々に傾けながらスペクトルを取得して、非破壊で試料の深さ方向のプロファイルを取得出来ます

高傾度測定をしたい場合の以下の設定をします

最大80°まで傾けられるので平均分析深さ6nmから1nmぐらいまでのプロファイルを取得出来ます

高傾度にする事で測定する表面の領域がY方向に伸び、信号量を増やす事も出来ます。微小量分析に向いています

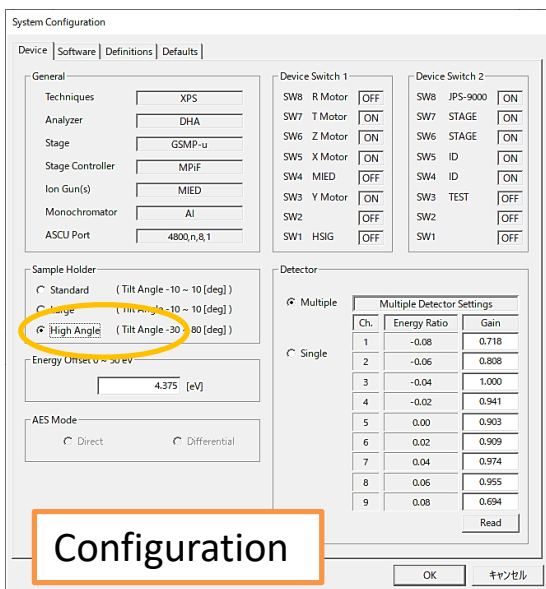
ステージを大きく動かす分析なので十分に気を付けて下さい。事前にスタッフにご相談下さい
分析後は必ずハード・ソフト共に設定を元に戻して下さい

このモードで測定する際はステージのメモリーに位置を登録を最後に消去して下さい

・XPS本体での設定

試料を分析室に導入。傾けるので必ずホルダーに試料をしっかり固定する。ロックネジを外し、磁場レンズステージのマイクロメーターを回し、 $Z=18.80$ から $Z=8.5$ 付近まで下げる。下部にあるスイッチが押されるのを確認する(小さくカチッと音がします。回し過ぎると壊れます)。外したロックネジを再び締める

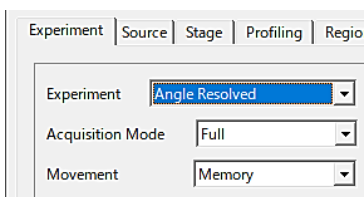
Angle Resolved



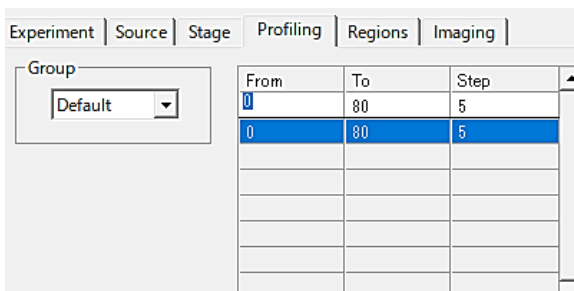
・Spec Surfでの設定

View→ConfigurationからSystem Configurationダイアログを立ち上げて、Sample HolderでHigh Angleを選択します。Tilt制限が解除され、-30° から80° まで動かせるようになります。以降、十分に注意してステージ操作して下さい

高傾度測定の場合は後はWide&Narrowの分析をするだけ



ExperimentタブでAngle Resolvedを選択し、Profilingタブでステージの傾ける角度の設定を行います。左画の設定だと0° から80° まで5° ずつ傾けながら各レベルのスペクトルを取得します。X線源の位置を下げない状態ではマイナス側へは10° 以上傾けるのは禁止



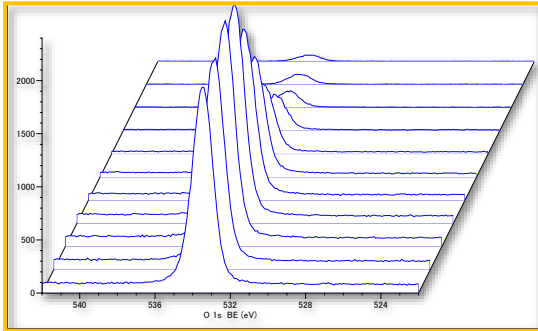
残りの設定は「Wide Scan」、「Narrow Scan」を参照

ホルダーがX線源にぶつかりそうな場合はX線源の位置を必ず下げる(「モノクロX線の設定」参照)

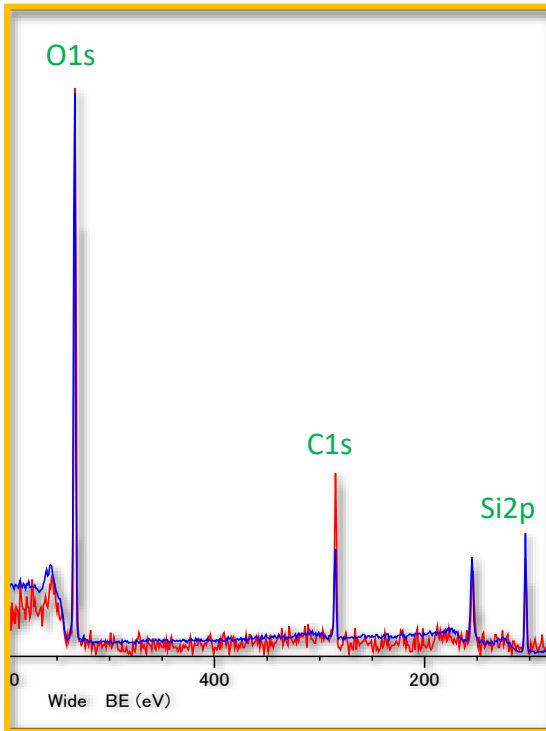


←マイナス方向に傾けるとX線源にぶつかる恐れがあるので、基本禁止です。スタッフにご相談下さい

Total Reflection



工程3を飛ばしてもそんなに問題ありません



青:通常測定 赤:全反射X線測定
BackgroundでGainを合わせると、コンタミネーションのCのピーク強度が2倍ほど大きくなっているのが分かる

Total ReflectionではモノクロX線を使用し、X線の全反射が起こるようステージの位置関係を調整する事で通常の測定深さから約2/3浅く、またS/N比良くスペクトルを取得出来ます。主に試料表面の汚染物質の評価に利用出来ます

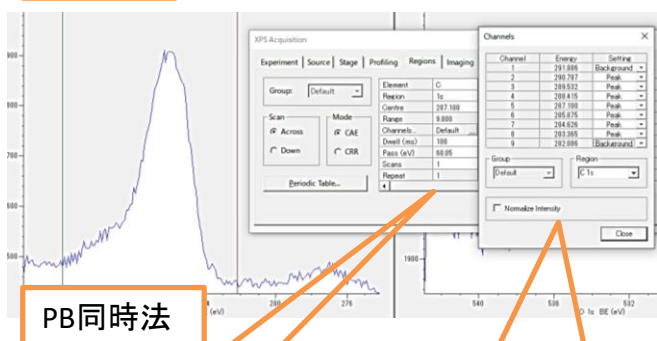
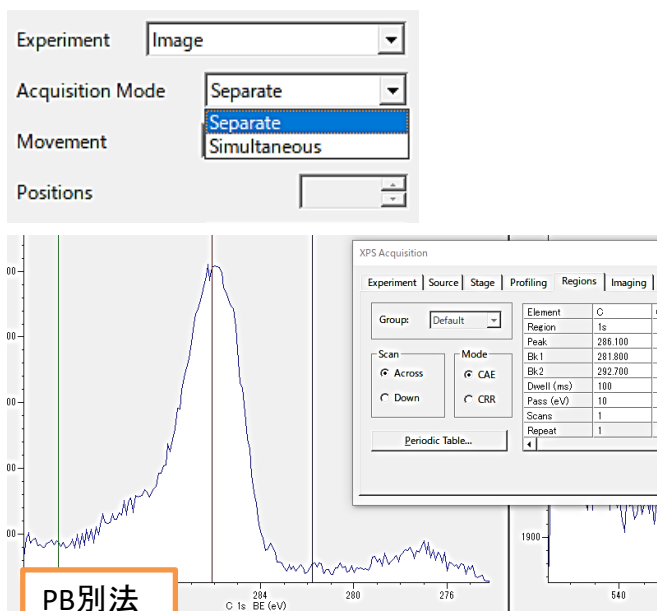
平滑な表面を持つ試料(Siウエハーなど)でなければ測定出来ません

・Total Reflection測定方法

1. 試料表面がステージと平行になるようホルダーに設置、試料導入
2. モノクロX線を立ち上げ、Ratemeterで試料の光電子スペクトルを確認しながらZ位置を調整します(「モノクロX線の設定」参照)
3. ExperimentでTotal Reflectionを選び、Tiltを -10° から -5° まで 0.2° ずつ傾けて適当にスペクトルを取得、S/N比の傾向を確認
4. -4° から -1° まで 1° ずつRatemeterでスペクトルを確認しながら、強度が出るよう再度Zの調整(追い込み)をします
5. Zの調整が終われば -1° でスペクトル測定を行います

試料やホルダーが少し傾いていると -1° で測定出来ません。S/N比が良い適当な傾きをRatemeterで見つけて測定を行って下さい

Image & Linescan



Element	C
Region	1s
Centre	287.100
Range	9.800
Channels...	Default
Dwell (ms)	100
Pass (eV)	60.05
Scans	1
Repeat	1

Imageでは最大5.0×1.8cmの元素マッピング像を取得出来ます。ケミカルシフトを利用して化学状態の違う元素のマッピングも可能

まず事前に取りたい元素のNarrow scanを取得しておきます
ExperimentでImageを選択し、Acquisition ModeでSeparate(PB別法、設定が楽)かSimultaneous(PB同時法、測定が速い)を選択します

Separate(PB別法)

Regionsタブで取得したNarrow scanのスペクトルを元に、Peak、Bk1、Bk2の値を設定します

Bk1は低エネルギー側バックグラウンド、Bk2は高エネルギー側バックグラウンドに合わせます。ここではSiO₂由来のSiピークとmetal-Si由来のSiピークに対してPeak,Bk1,Bk2を設定しています

Simultaneous(PB同時法)

Channels欄をクリックし、各Channel(検出器)で取得する強度をBackgroundにするかPeakにするか選択します。Range値(全検出器で測定出来るエネルギー幅)が測定したい元素の高エネルギー側Background,Peak,低エネルギー側Backgroundを抑え込めるようにPass値を適当に変更します

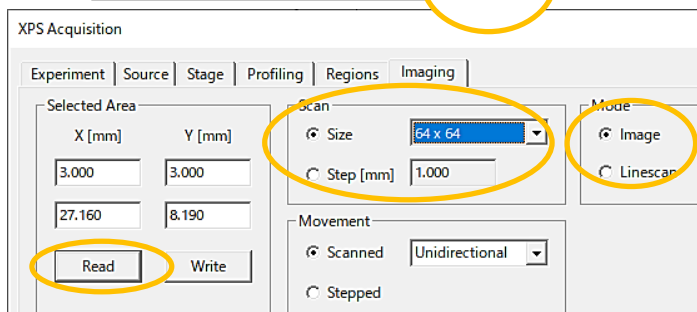
Image & Linescan

No.1

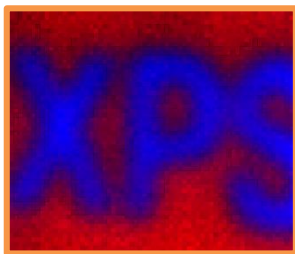
マッピング
領域

No.2

ステージコントローラーでimage像
を取得したい試料の範囲の、左上
のステージ位置をmemoryNo.1に、
右下のステージ位置を
memoryNo.2に記録させます



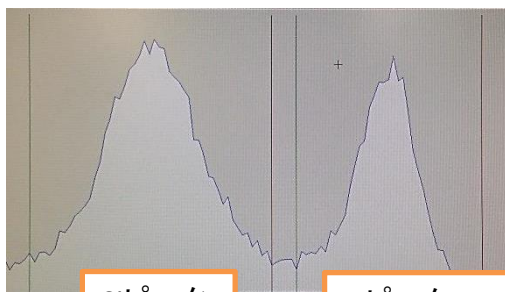
ImageタブでReadボタ
ンをクリックし、メモリ
位置を読み込みます。
ScanではSizeかStepか
選択し、像の解像度を
決定します。Modeでは
Imageを選択します



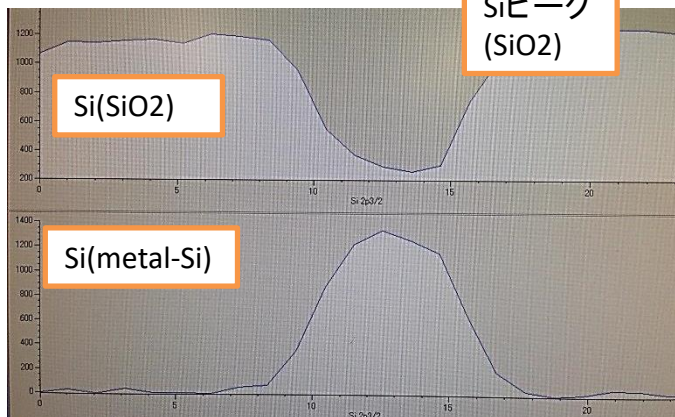
←マッピング結果の各
元素の画像を色分けし
て重ねる事も出来ます

左図は赤:Si 青:Auの広域
マッピング結果です

Element	Si	Si
Region	2p3/2	2p3/2
Centre	104.049	99.200
Range	4.898	3.803
Channels...	Default ...	Default ...
Dwell (ms)	200	200
Pass (eV)	30.65	23.8
Scans	1	1
Repeat	1	1



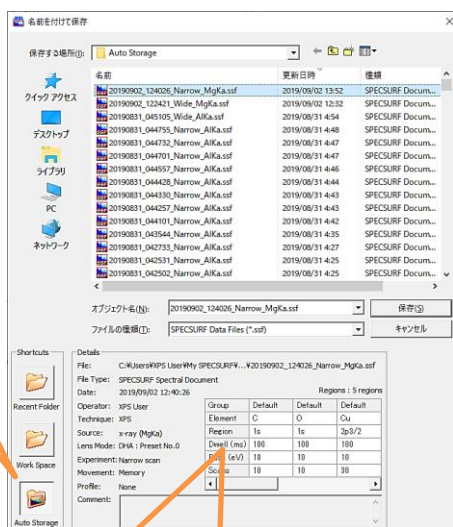
ModeでLinescanを
選ぶとNo.1から
No.2の位置までの
線分析を行います



←Simultaneous(PB同時
法)でのLinescan結果

これはSiウェハ－の真ん中
をAr+エッチングしたもの

データの基本的な処理



測定したスペクトルデータは全て自動で日付・測定法・線源で名前が記されて**Auto Storage**フォルダに保存されます

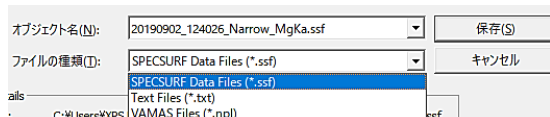
File→OpenからAuto Storageフォルダを選択し、データを選択するとウィンドウ下部にデータの詳細が表示されます

Regions : 5 regions

Group	Default	Default	Default
Element	C	O	Cu
Region	1s	1s	2p3/2
Dwell (ms)	100	100	100
Pass (eV)	10	10	10
Scans	10	10	30

スペクトルを別の形式で保存する場合はFile→Save asでファイルの種類を選択して下さい

SpecSurfデータの他、テキスト形式とVAMAS形式が出力出来ます

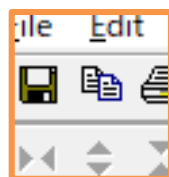


File→Reportでスペクトルをレポート形式で画像として出力出来ます。スペクトルウィンドウ上でコピーをクリックして画像として貼り付ける事も出来ます

データをXPS-PC上で個別に管理しておきたい場合はデスクトップにある「data」フォルダ下に**研究室単位**でまとめて保存するようにして下さい

基本的にデータの管理は各自で行って下さい。データ保存については保障しません

Element	Region	Start (eV)	Finish (eV)	Step (eV)	Dwell (ms)	Pass (eV)	Scans
C	1s	284.200	274.200	0.100	100	10	10
O	1s	542.000	534.000	0.100	100	10	10
Cu	2p3/2	971.000	950.000	0.100	100	10	30
Zn	2p3/2	1051.700	1007.000	0.100	100	10	30
Sn	3d5/2	484.700	474.700	0.100	100	10	30



終了の手続き

まず初めに、下記ケースに応じて終了手順を進めて下さい
順番を必ず守って下さい

・帯電試料用ホルダーを使用した場合

電圧・電流値を0にする

OUTPUT OFF

POWER OFF

・中和電子銃を使用した場合

電圧・電流値を0にする

Acc.V OFF

電源 OFF

・Ar+イオンガンを使用した場合

オートバルブコントローラー OFF

3分待つ

Arガスバルブを時計回りに一回転分閉める

イオン化室真空計のAVC OFF

イオンガンユニットのChannel番号をXつまみを回して「7」に戻す

・Angle Resolved測定を行った場合

ステージを試料交換位置に移動

X線源の位置を元に戻す(ずらした場合)

磁場レンズのZ軸をZ=18.80に戻し、ロックネジを締め直す。

Configurationダイアログのholder設定をStandardに戻す

ステージメモリーに登録した位置情報を全部消去

・モノクロX線を使用した(Total Reflection測定を行った)場合

ステージを試料交換位置に移動

X線源の位置を元に戻す

分光結晶の窓を閉め(Bakingに合わせる)、ロックネジを締める

次ページの「X線源を落とす」作業後、15分経過したらMONO/STDボタンを押してSTDに戻す

Tiltを-10度より上に傾けている場合、

「Angle Resolved測定を行った場合」の手順を実行する

・トランスファーベッセルを使用した場合

ホルダーを試料準備室に回収後、ベッセルにホルダーを再封入

扉ロックを外してVENT。VENT後、ベッセルを外してブランクフランジをつける

扉をロックし、試料準備室の真空引きを行う。

問題なく真空が引けているか確認する

終了の手続き

全ての測定で共通の手続きです。**順番を必ず守って下さい**

・X線を落とす

- Auto/ManuボタンでManualに変更
- X-RAYの電流を最小値に、電圧を最小値にする
- X-RAY電源をOFF
- Displayの表示をFILAMENT POWERに変更
- FILAMENTのADJつまみを回して電流を0にする
- FILAMENT電源をOFF
- SpecSurfのXPS acquisitionのSourceタブでOffをクリック

・試料の取り出し

- ステージコントローラーのP/MボタンでMEMORY表示に変更
- UP,DOWNボタンでNo.SEを表示させる
- MOVEボタンを押し、試料交換位置へ移動
- V1ボタンを押し、V1バルブを開ける
- 試料交換棒の黒いリングをOPENの状態にして前方に押し出す
- 黒いリングを回してCLOSEにする
- 黒いリングを一番後方まで引き、試料を試料交換室に回収
- V1ボタンを再度押し、V1バルブを閉める
- 試料交換室のロックを開ける
- VENTボタンを押し、交換室を大気に開放
- 黒いリングを回してOPENにする、ホルダーを回収
- 試料交換室のロックして、VENTボタンを押し、真空に引く

・XPS装置本体の終了&その他の作業

- ホルダーから試料を回収、ホルダーは洗浄後、真空デシケーターに入れて真空を引く。作業台を片付ける
- アナライザー電源 HTをOFF
- カメラ、カメラモニタ、ステージランプをOFF
- 研究室USBメモリで測定データを解析用PCに移動
- Spec Surfを終了後、PCシャットダウン、ディスプレイOFF
- X線源を落としてから15分経過後、(モノクロX線利用時、MONO/STDをSTDに切り替えてから)X-R、SPECボタンをOFF
- 冷却器の電源をOFF
- 分析室真空度をチェック、終了時間と共に使用記録簿に記入
- 他の装置使用者などがいない場合は研究室の照明を落とし、施錠を行う